

应用离子对色谱技术同时测定天仙子中的三种生物碱

天津医科大学(300070) 李惠芬* 张庆伟 张晓梅 董伟林

摘要 应用离子对色谱技术,同时测定天仙子中山莨菪碱、东莨菪碱、阿托品3种有效成分。色谱条件为YWG-C₁₈柱,4.6 mm×250 mm,灵敏度:0.04 AUFS,柱温:室温,进样量:20 μL。山莨菪碱、东莨菪碱、阿托品的回收率分别为98.8%,RSD=0.56%;100.4%,RSD=1.2%;101.5%,RSD=0.40%。

关键词 离子对色谱 山莨菪碱 东莨菪碱 阿托品

天仙子为茄科莨菪 *Hyoscyamus niger* L. 的干燥成熟种子^[1],所含的生物碱具有重要的医疗用途,但因其有大毒,5~10 mg 即能产出显著中毒的症状^[2]。因此,新药审批要求,处方中无论是作为君药还是臣药都必须检测。我们曾用薄层扫描法,对所含的生物碱做了分别测定^[3~5]。笔者应用离子对色谱技术,反复优化分离条件^[6~7],不经分离同时测定了天仙子中山莨菪碱,东莨菪碱和阿托品3种有效成分的含量。此法与TLC测定方法比较,其操作简便、准确。

1 仪器、试剂及试药

日本岛津LC-6A高效液相色谱仪及SPD-2AS紫外检测,CR-3A色谱数据处理机。乙腈(色谱纯),水(二次重蒸水),氢溴酸山莨菪碱、氢溴酸东莨菪碱、硫酸阿托品(中国药品生物制品检定所),天仙子分别由山西、宁波、辽宁、内蒙古、河北药材仓库购得。

2 色谱条件

色谱柱:YWG-C₁₈ 4.6 mm×250 mm,流动相为乙腈-0.05 mol/L 庚烷磺酸钠水溶液(35:65),流速:1.5 mL/min,检测波长210 nm,灵敏度:0.04 AUFS,柱温:室温,进样量:20 μL。在上述条件下有关标准品及供试品溶液的分离情况见图1。

3 标准曲线制备

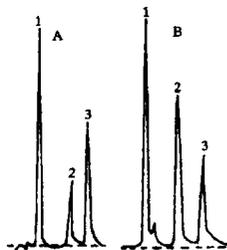
精密称取氢溴酸山莨菪碱、氢溴酸东莨菪碱、阿托品各10 mg,置10 mL容量瓶中,分别加入流动相溶解并稀释至刻度,摇匀、备用,作为各自的标准品贮备液1、2、3。

精密移取上述标准溶液0.25、0.50、1.0、2.0、3.5 mL置10 mL容量瓶中,用流动相稀释至刻度,摇匀进样,得回归方程为:

$$Y_{\text{氢溴酸山莨菪碱}} = 2687.335 + 518.6081C, r = 0.9998$$

$$Y_{\text{氢溴酸东莨菪碱}} = 3279.663 + 548.6010C, r = 0.9993$$

$$Y_{\text{硫酸阿托品}} = 271.8794 + 616.1999C, r = 0.9995$$



A-标准品 B-样品 1-山莨菪碱 2-东莨菪碱 3-阿托品

图1 样品色谱图

4 样品测定

精密称取山西、宁波、辽宁、河北、内蒙古5个地区的样品粉末各4 g,装袋于索氏提取器中,加石油醚去脂6 h,取出,挥干石油醚,滴加氨水5 mL润湿,密闭50 min,挥去多余

* Address: Li Huifen, Tianjin University of Medical Sciences, Tianjin

氨水,再置索氏提取器中,以氯仿提取总生物碱 6 h 至提取液无色,回收氯仿至少量,用 10 mL 左右氯仿洗涤并转移至 300 mL 分液漏斗中,以 0.5% 硫酸溶液(10、10、5 mL)分 3 次萃取,取酸液用浓氨水碱化至 pH=9~10,再以氯仿(10、10、5 mL)分 3 次提取,将氯仿层浓缩至干,以流动相移至 10 mL 容量瓶并稀释至刻度,摇匀,进样,色谱条件同前,计算结果见表 1。

表 1 样品测定结果(n=6)(%)

地区	阿托品含量	RSD	东莨菪碱含量	RSD	山莨菪碱含量	RSD
山西	0.0507	1.8	0.0603	2.9	0.0203	2.9
河北	0.0756	1.1	0.0215	2.7	0.1040	1.3
宁波	0.0414	2.3	0.0371	1.6	0.0286	2.4
辽宁	0.0771	2.0	0.0293	2.1	0.0251	1.8
内蒙	0.0533	2.6	0.0296	2.5	0.0455	2.4

5 回收率实验

照样品测定项,精密称取 8 份相同量样品,其中 4 份加入标准品贮备液 1、2、3 适量。照样品提取制备成回收溶液,测定加样回收率(n=4),得平均回收率分别为:山莨菪碱 98.18%,RSD=0.56%;东莨菪碱 100.4%,RSD=1.2%;阿托品 101.5%,RSD=0.40%。

6 讨论

6.1 在确定样品处理方法时,所筛选的提取方法提取率高,杂质少,不仅适用于薄层板点样要求,也适用于紫外光谱测定及色谱法进

样要求。说明提取的样品纯净,操作方法可行。

6.2 在 TLC、HPLC 检测过程中,重点对莨菪烷类生物碱,即:山莨菪碱、东莨菪碱、阿托品的分离条件进行了反复优化,无论在薄层硅胶板上或 YWG-C₁₈ 柱上都能获得满意的分离效果。解决了天仙子中 3 种有效成分分离与测定的难题。为莨菪类样品定量测定开辟了一个新途径。

6.3 样品测定结果还发现,不同产地的样品其内在质量相差很大。尤其东莨菪碱的含量差异很大;且阿托品与东莨菪碱含量比例也不一致,山西产地含量最高,浙江产地含量最低,此结果为临床安全用药,防止药品不良反应的发生提供了重要的参考依据。

参考文献

- 1 中华人民共和国药典.一部.1995:40
 - 2 江苏新医学院主编.中药大辞典.上海:上海科学技术出版社,1979:322
 - 3 李惠芬,等.中草药,1993,24(8):409
 - 4 李惠芬,等.生物医药色谱新进展,1994,2:374
 - 5 李惠芬,等.第二回中薬品分析技術セミナー.1994:130
 - 6 Toshiyuki O, et al. Chem Pharm Bull,1989,37(9):2456
 - 7 Broun ND, et al. J Chromatogr,1978,150(1):225
- (1998-10-03 收稿)

保胎丸的质量控制

天津中医学院(300193) 宋新波* 张丽娟 李锦
天津中医研究所 郭俊华

摘要 对保胎丸主要组成药味进行显微及薄层鉴定,为产品的质量控制提供依据。

关键词 保胎丸 显微鉴定 薄层色谱 质量控制

保胎丸由天津达仁堂制药厂生产,为传统中成药大蜜丸。主要成分有:当归、川贝母、

白术、川芎、荆芥穗、甘草、厚朴、白芍、枳壳、地黄、菟丝子、黄芪、黄芩、砂仁、羌活等。具助

* Address: Song Xinbo, Tianjin College of Traditional Chinese Medicine, Tianjin